

高感度イオン源を搭載したトリプル四重極 GC/MS 7010 によるスプリット分析



＜要旨＞ これまでの残留農薬分析は微量の成分を測定するため、スプリットレス分析が一般的でした。超高感度イオン源を搭載した 7010 トリプル四重極 GC/MS システムはスプリット分析でも十分な感度を得ることが可能です。スプリット注入することで、GC 注入口での線速度が速くなるため、ライナー内部の汚れ等による吸着や熱分解の影響も最小限に抑えることが可能となり、より分析の信頼性向上を図ることができます。

Key Words: トリプル四重極 GC/MS 7010, スプリット分析, 残留農薬分析

1. はじめに

これまで微量分析では注入した試料をほぼ全量導入できるスプリットレス分析が一般的でしたが、注入口での滞留時間が長いと、注入口が汚れてくると農薬が吸着/分解したり、全量導入によるカラムやイオン源の汚染などが問題となっていました。一方近年はトリプル四重極 GC/MS の高感度化技術が発展し、装置によってはスプリット分析による測定も可能なレベルとなりました。スプリット分析を用いると、装置への汚れによる負担を最小限に抑えることができる上、速い線速度によって注入口内での農薬の吸着や分解といった影響を最小限に抑えることができます。そこで食品中残留農薬分析におけるスプリット分析の可能性について検証を行ないましたので報告します。

2. 実験方法

装置：Agilent 7010 トリプル四重極 GC/MS
 注入量：試料 1 μ L
 カラム：VF-5ms, 30m $\times$ 0.25mm, df:0.25 μ m
 注入口温度：250 $^{\circ}$ C
 注入法：スプリット 10:1
 (ウルトラライナーライナー, ウール入り p/n 5190-2295)
 カラム流量：1.1 mL/min (He, コンスタントフローモード)
 GC オープン温度：70 $^{\circ}$ C (2min)-25 $^{\circ}$ C/min-150 $^{\circ}$ C
 -3 $^{\circ}$ C/min-200 $^{\circ}$ C-8 $^{\circ}$ C/min-310 $^{\circ}$ C (5min)
 トランスファーライン温度：280 $^{\circ}$ C
 イオン源温度：300 $^{\circ}$ C
 四重極温度：150 $^{\circ}$ C
 測定モード：MRM¹⁾

3. 結果及び考察

標準溶液には農薬混合標準溶液 62[関東化学社製]を用いました。ホウレンソウを QuEChERS 法(AOAC 法)で前処理したものを、各成分濃度が 10ppb となるよう農薬を添加し、スプリット 10:1 で 1 μ L 注入しました。よってカラム中には 1pg 相当が導入されています。アセフェートおよびアセタミプリドで若干感度が厳しかったものの、すべての成分でスプリット分析が可能でした。スプリット比は調節が可能で、感度的に厳しい化合物に対しては 5:1 での分析も可能です。また 10 回連続測定を行った結果、一部の感度の低い農薬を除き、RSD 10%以下となり良好な再現性が得られました (Fig. 1)。Fig. 2 にホウレンソウ抽出液に各成分 10ppb 相当を添加した試料をスプリット分析した時の MRM クロマトグラムを示します。

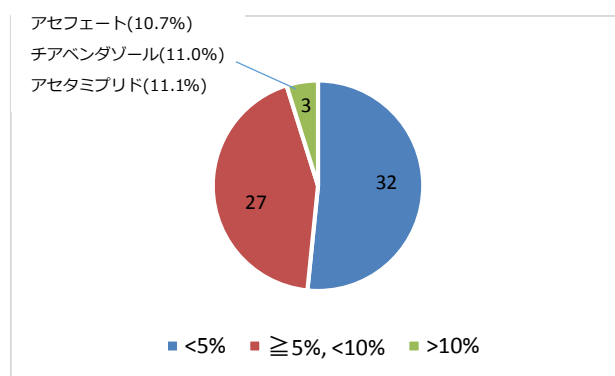


Fig. 1 ホウレンソウ抽出液に各成分 10ppb 相当を添加した試料をスプリット分析 (10:1) した時の再現性 (n=10)



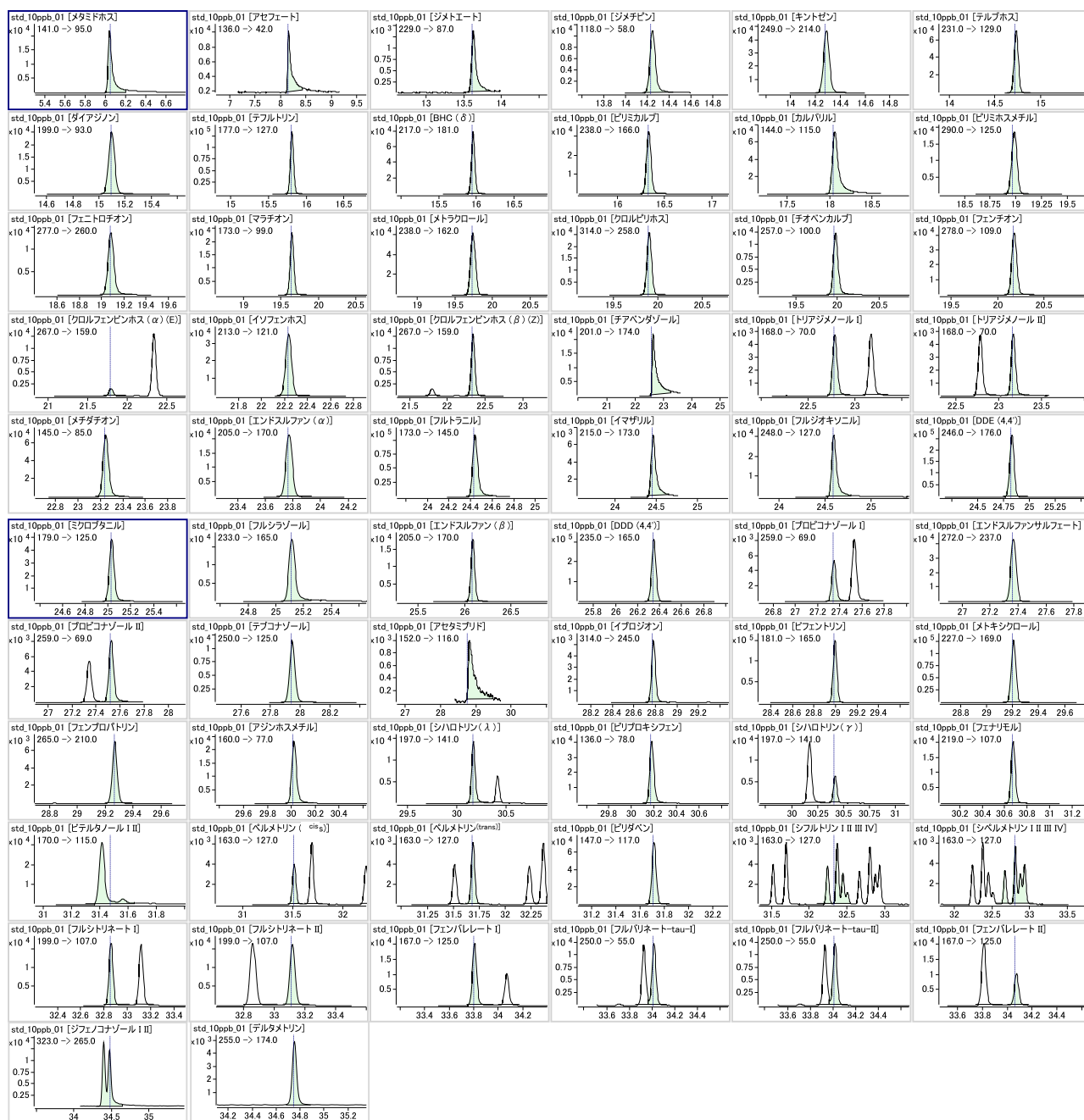


Fig1. ホウレンソウ抽出液に各成分 10ppb 相当を添加した試料をスプリット分析 (10:1) した時の MRM クロマトグラム

1) 残留農薬分析用 MRM データベース (Intelligent MRM) 使用

【GC-MS-201601SG-002】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies